

明 細 書

ナノカーボン製造装置およびナノカーボンの製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、ナノカーボン製造装置およびナノカーボンの製造方法に関する。

背景技術

[0002] 近年、ナノカーボンの工学的応用が盛んに検討されている。ナノカーボンとは、カーボンナノチューブやカーボンナノホーン等に代表される、ナノスケールの微細構造を有する炭素物質のことをいう。このうち、カーボンナノホーンは、グラファイトのシートが円筒形に丸まったカーボンナノチューブの一端が円錐形状となった管状体の構造を有しており、その特異な性質から、様々な技術分野への応用が期待されている。カーボンナノホーンは、通常、各々の円錐部間に働くファンデルワールス力によって、チューブを中心にし円錐部が角(ホーン)のように表面に突き出る形態で集合し、カーボンナノホーン集合体を形成している。

[0003] カーボンナノホーン集合体は、不活性ガス雰囲気中で原料の炭素物質(以下適宜グラファイトターゲットと呼ぶ)に対してレーザー光を照射するレーザー蒸発法によって製造されることが報告されている(特許文献1)。

特許文献1: 特開2001-64004号公報

[0004] 発明の開示

[0005] ところが、従来のナノカーボンの製造装置における通常の設計では、グラファイトターゲットを把持する部分が必要となる。このため、その部分にはレーザー光を照射することができず、グラファイトターゲットの表面のすべてを利用することができなかった。よって、グラファイトターゲットの利用効率が低下してしまい、ナノカーボンの生産性が低下してしまうという問題点があった。

[0006] 本発明は上記事情を踏まえてなされたものであり、その目的は、カーボンナノホーン集合体の生産性を高め、量産製造に適した製造方法および製造装置を提供することにある。また、本発明の別の目的は、ナノカーボンの生産性を高め、量産製造に適した製造方法および製造装置を提供することにある。

- [0007] 本発明によれば、グラファイトターゲットの表面と接する接触面を有し、該接触面における前記グラファイトターゲットの前記表面との間に生じる摩擦力により前記グラファイトターゲットを移動可能に保持するターゲット保持手段と、前記グラファイトターゲットの前記表面に光を照射する光源と、前記ターゲット保持手段に保持された前記グラファイトターゲットを前記光源に対して相対的に移動させ、前記グラファイトターゲットの前記表面における前記光の照射位置を移動させるとともに、前記接触面における前記グラファイトターゲットの前記表面との間に生じる摩擦力により前記グラファイトターゲットを移動させるように前記ターゲット保持手段を駆動させる移動手段と、前記光の照射に得られたナノカーบอนを回収する回収手段と、を有することを特徴とするナノカーボン製造装置が提供される。
- [0008] また、本発明によれば、グラファイトターゲットの表面に光を照射する工程と、光を照射する前記工程で生成したナノカーบอนを回収する工程と、を含むナノカーบอนの製造方法であって、光を照射する前記工程は、前記表面に接して設けられた接触面により前記グラファイトターゲットを保持しつつ、前記表面と前記接触面との摩擦力により前記グラファイトターゲットを移動させながら前記光を照射する工程を含むことを特徴とするナノカーボン製造方法が提供される。
- [0009] 本発明によれば、グラファイトターゲットを把持する部分が不要となり、グラファイトターゲットの表面をすべてアブレーションすることが可能となり、ナノカーบอนを容易に量産できることとなる。
- [0010] 本発明によれば、円筒形のグラファイトターゲットの表面と接する接触面を有し、該接触面における前記グラファイトターゲットの前記表面との間に生じる摩擦力により前記グラファイトターゲットを移動可能に保持するターゲット保持手段と、前記グラファイトターゲットの前記表面に光を照射する光源と、前記ターゲット保持手段に保持された前記グラファイトターゲットを前記光源に対して相対的に移動させ、前記グラファイトターゲットの前記表面における前記光の照射位置を移動させるとともに、前記接触面における前記グラファイトターゲットの前記表面との間に生じる摩擦力により前記グラファイトターゲットを中心軸周りに回転させるように前記ターゲット保持手段を駆動させる移動手段と、前記光の照射に得られたナノカーบอนを回収する回収手段と、を有

することを特徴とするナノカーボン製造装置が提供される。

- [0011] また、本発明によれば、円筒形のグラファイトターゲットを中心軸周りに回転させながら、前記グラファイトターゲットの表面に光を照射する工程と、光を照射する前記工程で生成したナノカーボンを回収する工程と、を含むナノカーボンの製造方法であって、光を照射する前記工程は、前記表面に接して設けられた接触面により前記グラファイトターゲットを保持しつつ、前記表面と前記接触面との摩擦力により前記グラファイトターゲットを中心軸周りに回転させながら前記光を照射する工程を含むことを特徴とするナノカーボンの製造方法が提供される。
- [0012] 本発明によれば、グラファイトターゲットを把持する部分が不要となり、グラファイトターゲットの表面をすべてアブレーションすることが可能となるとともに、円筒形のグラファイトターゲットを回転させながら光照射の工程を行うことにより、ナノカーボンを連続的に容易に量産できることとなる。
- [0013] なお、本発明において、「中心軸」とは、円筒形のグラファイトターゲットの長さ方向に垂直な断面中心を通り、長さ方向に水平な軸のことをいう。また、円筒形のグラファイトターゲットとして、たとえばグラファイトロッドが利用可能である。ここで、「グラファイトロッド」とは、ロッド状に成形されたグラファイトターゲットのことをいう。ロッド状であれば、中空、中実の別は問わない。また、光が照射される円筒形のグラファイトターゲットの表面は、円筒形のグラファイトターゲットの側面であることが好ましい。ここで、「円筒形のグラファイトターゲットの側面」とは、円筒の長さ方向に平行な曲面のことを指す。
- [0014] 本発明のナノカーボンの製造装置において、前記ターゲット保持手段は、前記グラファイトターゲットの前記中心軸に実質的に平行な回転軸を有し、互いに並置された間に前記グラファイトターゲットを保持する2つの円筒形のローラを含み、前記移動手段は、前記ローラを前記回転軸周りに回転させて、前記ローラの前記接触面と前記グラファイトターゲットの前記表面の間に生じる前記摩擦力により前記グラファイトターゲットを前記中心軸周りに回転させることができる。
- [0015] この構成によれば、簡単な構成で、グラファイトターゲットの表面をすべてアブレーションすることが可能となるとともに、円筒形のグラファイトターゲットを回転させながら

光照射の工程を行うことにより、ナノカーบอนを連続的に容易に量産できることとなる。

[0016] 本発明のナノカーボン製造装置において、前記移動手段は、前記グラファイトターゲットの前記表面に照射される前記光の照射位置が前記グラファイトターゲットの前記表面のほぼ全域に亘るように、前記ターゲット保持手段を駆動させることができる。

[0017] また、本発明のナノカーボンの製造方法において、グラファイトターゲットの表面に光照射する前記工程で、前記光の照射位置を移動させながら、前記グラファイトターゲットの前記表面のほぼ全域に亘るように、前記光を照射してもよい。

[0018] こうすることにより、グラファイトターゲットを使い切ることが可能となるため、ナノカーボンの生産性をさらに向上させることができる。

[0019] 本発明のナノカーボンの製造装置において、前記移動手段は、前記グラファイトターゲットの前記表面の前記光の照射位置における前記光の照射角度を略一定にししながら前記照射位置を移動させるように構成されてもよい。

[0020] また、本発明のナノカーボンの製造方法において、光を照射する前記工程で、前記グラファイトターゲットの前記表面への前記光の照射角度が略一定となるように前記光を照射することができる。

[0021] こうすることにより、光の照射位置にグラファイトターゲットを連続的に供給しながら、略一定の照射角度でグラファイトターゲットの表面に光を照射することができる。よって、グラファイトターゲットの表面に照射される光のパワー密度のぶれを確実に抑制することができる。このため、安定した品質のナノカーบอนを大量生産することができる。

[0022] なお、本明細書において、「照射角」とは、光の照射位置におけるグラファイトターゲットの表面に対する垂線と光とのなす角のことである。

[0023] また、グラファイトターゲットの表面への光の照射角度が略一定となるように光を照射するとは、グラファイトターゲットの表面に照射される光のパワー密度を意図的に変動させることがない程度に照射角度の一定性を保つことを指す。

[0024] 本発明のナノカーボンの製造方法において、前記接触面は、前記グラファイトターゲットの側面と接して設けられてもよい。こうすることにより、円筒形のグラファイトター

ゲットを安定的に保持し、その中心軸方向に安定的に回転させることができる。よって、安定した品質のナノカーボンを高い生産性で得ることができる。

- [0025] 本発明のナノカーボンの製造装置において、前記ターゲット保持手段は、ステンレス鋼、およびセラミックスのいずれか、あるいは、炭素を表面に蒸着させた金属からなってもよい。
- [0026] この構成によれば、耐熱条件下において、グラファイトターゲットとターゲット保持手段のローラ間に適度な摩擦を生じつつ、グラファイトターゲットの表面を傷つけないようにすることができる。
- [0027] 本発明のナノカーボンの製造方法において、前記光を照射する工程は、レーザー光を照射する工程を含んでもよい。
- [0028] こうすることにより、光の波長および方向を一定とすることができるため、グラファイトターゲット表面への光照射条件を、精度良く制御することができる。したがって、所望のナノカーボンを選択的に製造することが可能となる。
- [0029] 本発明のナノカーボンの製造装置において、前記ナノカーボンがカーボンナノホーン集合体であってもよい。
- [0030] また、本発明のナノカーボンの製造方法において、ナノカーボンを回収する前記工程は、カーボンナノホーン集合体を回収する工程を含んでもよい。
- [0031] こうすることにより、カーボンナノホーン集合体の大量合成を効率良く行うことができる。本発明において、カーボンナノホーン集合体を構成するカーボンナノホーンは、単層カーボンナノホーンとすることもできるし、多層カーボンナノホーンとすることもできる。
- [0032] また、前記ナノカーボンがカーボンナノチューブであってもよい。
- [0033] 本発明において、前記移動手段として、たとえば、円筒形のグラファイトターゲットを中心軸周りに回転させながら光照射する場合、グラファイトターゲットの長さ方向の照射位置を移動させるとともに、グラファイトターゲットが光照射により切削され、径が減少した場合に、グラファイトターゲットの中心軸に鉛直な上方向にグラファイトターゲットを移動させる態様を採用することができる。この構成によれば、グラファイトターゲットへの光照射条件を、グラファイトターゲットの移動中も、精度良く制御することができる。

、所望のナノカーボンを選択的に製造することが可能となる。

- [0034] 以上説明したように本発明によれば、グラファイトターゲットの表面に接して設けられた接触面によりグラファイトターゲットを保持しつつ、表面と接触面との摩擦力によりグラファイトターゲットを移動させながらグラファイトターゲットの表面に光を照射することにより、カーボンナノホーン集合体の生産性を高め、量産製造に適した製造方法および製造装置を提供することができる。また、本発明によれば、ナノカーボンの生産性を高め、量産製造に適した製造方法および製造装置を提供することができる。

図面の簡単な説明

- [0035] 上述した目的、およびその他の目的、特徴および利点は、以下に述べる好適な実施の形態、およびそれに付随する以下の図面によってさらに明らかになる。
- [0036] [図1]本発明の実施の形態におけるナノカーボンの製造装置の構成の一例を示す斜視図である。
- [図2]図1のナノカーボンの製造装置のターゲット保持部の一例を示す部分断面図である。
- [図3]図1のナノカーボンの製造装置のターゲット保持部の一例を示す部分断面図である。
- [図4]図2のターゲット保持可動部におけるグラファイトロッドの回転を説明するための図である。
- [図5]図2のターゲット保持部の上下可動部の一例を示す部分正面図である。
- [図6]図2のターゲット保持可動部におけるグラファイトロッドの位置移動を説明するための図である。
- [図7]図1のナノカーボンの製造装置のターゲット保持部の一例を示す部分断面図である。
- [図8]図7のターゲット保持可動部におけるグラファイトロッドの回転を説明するための図である。
- [図9]図7のターゲット保持可動部におけるグラファイトロッドの位置移動を説明するための図である。

発明を実施するための最良の形態

[0037] 以下、ナノカーボンがカーボンナノホーン集合体である場合を例に、本発明に係るナノカーボンの製造装置および製造方法の好ましい実施の形態について図面を用いて説明する。なお、本明細書において、図1および他の製造装置の説明に用いる図は概略図であり、各構成部材の大きさは実際の寸法比に必ずしも対応していない。

[0038] 図1は、本発明の実施の形態におけるナノカーボンの製造装置の構成の一例を示す図である。本実施の形態の製造装置は、グラファイトロッド101の表面にレーザー光103を照射するレーザー光源111と、レーザー光103の集光用のレンズ123と、グラファイトロッド101を回転および移動可能に保持するターゲット保持可動部130と、ターゲット保持可動部130を収容し、レーザー光源111からレーザー光103をレーザー光窓113を通じてグラファイトロッド101に照射して、ナノカーボンを製造する製造チャンバ107と、グラファイトロッド101の側面にレーザー光源111からレーザー光103が照射される際に発生するプルーム109と呼ばれる炎の発生方向に設けられる搬送管141と、搬送管141を介して製造チャンバ107に連通し、グラファイトロッド101から蒸発した炭素蒸気をナノカーボンとして回収するナノカーボン回収チャンバ119と、を備えている。本実施の形態において、回収されるナノカーボンは、カーボンナノホーン集合体117を含む。

[0039] さらに、製造チャンバ107には、不活性ガス供給部127が流量計129を介して接続されている。

[0040] ここで、搬送管141は、グラファイトロッド101の表面にレーザー光源111からレーザー光103が照射される際の、プルーム109の発生方向に設けられている。図1では、グラファイトロッド101の表面と45°の角をなすレーザー光103が照射されるため、プルーム109はグラファイトロッド101の表面に対し垂直な方向に発生する。そして、搬送管141はグラファイトロッド101の表面に垂直方向にその長さ方向を配置した構成となっている。こうすれば、生成したカーボンナノホーン集合体117を確実にナノカーボン回収チャンバ119に回収することができる。

[0041] また、製造チャンバ107は、後述するようにグラファイトロッド101を円周方向に回転させながらその側面にレーザー光103を照射する構成となっている。レーザー光103

の方向とプルーム109の発生方向が一致していない位置関係にてレーザー光103照射がなされる。こうすれば、グラファイトロッド101の側面にて発生するプルーム109の角度を予め予測することができる。このため、搬送管141の位置や角度を精密に制御可能である。よって、効率よくカーボンナノホーン集合体117を製造し、また、確実に回収することができる。

- [0042] 本実施の形態において、レーザー光103照射のターゲットとなる固体炭素単体物質として、円筒形のグラファイトロッド101を用いる。
- [0043] 図2は、図1のナノカーボンの製造装置のターゲット保持可動部130の一例を示し、図1を右側から見た部分断面図である。図3は、図1に示したターゲット保持可動部130を、図1の正面から見た部分断面図である。ここで、図2および図3は、ターゲット保持可動部130がグラファイトロッド101を積載した状態を示している。
- [0044] 図2および図3に示すように、ターゲット保持可動部130は、グラファイトロッド101の側面と接する接触面を有し、この接触面におけるグラファイトロッド101の側面との間に生じる摩擦力によりグラファイトロッド101を回転可能に保持する2つの保持ローラ131と、保持ローラ131の回転軸133に実質的に平行な方向に移動させる可動台144と、を備えている。
- [0045] 保持ローラ131は、ステンレス鋼、およびセラミックスのいずれか、あるいは、炭素に表面に蒸着させた金属からなる。特に、ステンレス鋼の場合、粗面ステンレスが好ましく、これにより、グラファイトロッド101の表面との接触面に適度な摩擦力を生じつつ、グラファイトロッド101の表面に傷を付けないようにすることができる。
- [0046] 各保持ローラ131の一端には、噛み合い歯部132が形成されている。この噛み合い歯部132は、グラファイトロッド101の側面には接触しない位置に形成される。各保持ローラ131は、グラファイトロッド101の中心軸102に実質的に平行な回転軸133と、各保持ローラ131の回転軸133を介して各保持ローラ131を回転させるモータ139を有し、2つの保持ローラ131の回転軸133が互いに実質的に平行に並置された間にグラファイトロッド101が保持される。保持ローラ131の回転軸133の両端は、回転軸押さえ134および回転軸押さえ142によって可動台144に回転可能に固定される。また、モータ139は、回転軸押さえ142上に固定される。

- [0047] このように構成されたターゲット保持可動部130は、モータ139によって保持ローラ131を回転軸133周りに回転させる。図4は、図2のターゲット保持可動部130におけるグラフィットロッド101の回転を説明するための図である。
- [0048] 図4は、2つの円筒形の保持ローラ131と円筒形のグラフィットロッド101を、長さ方向に垂直な断面から見た図である。2つの保持ローラ131が並置され、その間にグラフィットロッド101が保持される。保持ローラ131のグラフィットロッド101との接触面において、グラフィットロッド101の側面との間に摩擦力が生じる。保持ローラ131の回転によって生じる摩擦力により、グラフィットロッド101を逆回転させることができる。このように、グラフィットロッド101を接触面で保持し、中心軸102に沿って回転させる機構を独立して設けることにより、グラフィットロッド101を安定的に保持し、制御性よく回転させることができる。
- [0049] 図2および図3に戻り、可動台144下方には、保持ローラ131の回転軸133と実質的に平行な方向にねじ穴147が形成される。ターゲット保持可動部130は、ねじ穴147内に挿入され噛み合い、回転することにより可動台144を移動させる送りねじ棒146と、送りねじ棒146を軸方向周りに回転させるモータ149と、送りねじ棒146の両端を回転可能にレール支持台153に固定する送りねじ押さえ151と、をさらに含む。
- [0050] 可動台144の下端には、車軸156が回転可能に設けられ、可動台144に載置される保持ローラ131の回転軸133に実質的に平行な方向に移動させるための車輪155が車軸156の両端に回転可能に設けられている。各車輪155には、溝157が円周中央に形成される。
- [0051] ターゲット保持可動部130は、レール支持台153と、レール支持台153上に保持ローラ131の回転軸133に実質的に平行な方向に延在し、可動台144の車輪155の溝157が嵌合するレール159と、を含む。
- [0052] 本実施の形態において、このように構成されたターゲット保持可動部130は、モータ149の回転により、グラフィットロッド101の中心軸102に実質的に平行な方向に移動させることが可能となる。グラフィットロッド101の長軸方向への移動手段は、これに限定されるものではなく、他の手段を用いても可能である。
- [0053] 図5は、図2のターゲット保持可動部130の上下可動部の一例を示す部分正面図

である。図5に示されるターゲット保持可動部130の上下可動部は、図2に示されるターゲット保持可動部130のレール支持台153の四隅に設けられている。図3および図5に示すように、ターゲット保持可動部130の上下可動部は、ベース171と、ベース171の表面に対して垂直に設けられたラック173と、ラック173に形成された噛み合い歯と噛合し、回転によりラック173間を上下に移動する歯車161と、歯車161の回転軸163と、回転軸163を回転可能にレール支持台153に固定する回転軸押さえ165および回転軸押さえ167と、回転軸163の一端に設けられ、回転軸163を介して歯車161を回転軸163回りに回転させるモータ169と、を含む。

- [0054] 本実施の形態において、このように構成されたターゲット保持可動部130は、モータ169によって、歯車161を回転させ、歯車161がラック173に噛合して上下に移動することによりレール支持台153が上下に移動する。このグラフィットロッド101の鉛直上方向への移動手段は、これに限定されるものではなく、他の手段を用いても可能である。
- [0055] ターゲット保持可動部130は、グラフィットロッド101を中心軸まわりに回転させるモータ139と、中心軸に平行な方向に移動させるモータ149と、上下方向に移動させるモータ169とを有し、これらが別々の駆動機構として動作するため、グラフィットロッド101を確実に保持しつつ、グラフィットロッド101をそれぞれの方向に制御性よく移動させることができる。
- [0056] なお、本実施の形態において、特に図示していないが、各モータ139、モータ149、およびモータ169の回転を制御する制御部を含む。制御部は、手動で各モータを制御する操作部でもよいし、自動で各モータを制御するコンピュータなどでもよい。
- [0057] 本実施の形態の製造装置では、レーザー光源111の位置は製造チャンバ107に対して固定されている。以下、図4および図6を用いてグラフィットロッド101の高さ方向の位置移動について説明する。図6は、図2のターゲット保持可動部130におけるグラフィットロッド101の位置移動を説明するための図である。
- [0058] 図4は、光照射前のグラフィットロッド101について、中心軸102に垂直な断面を示しており、図6は、光照射を行い、断面の径が減少したグラフィットロッド101について、中心軸102に垂直な断面を示している。

- [0059] 図4に示したように、レーザー光103は、照射角が一定となるように照射される。レーザー光103の照射角を一定に保ちながら、グラファイトロッド101をその長さ方向にスライドさせることにより、グラファイトロッド101の長さ方向にレーザー光103を一定のパワー密度で連続的に照射することができる。
- [0060] なお、本明細書において、「パワー密度」とは、グラファイトターゲット表面に実際に照射される光のパワー密度、すなわちグラファイトターゲット表面の光照射部位におけるパワー密度を指すものとする。
- [0061] 円筒形のグラファイトターゲットを用いる場合、照射角は、グラファイトロッド101の長さ方向に垂直な断面において、照射位置と円の中心とを結ぶ線分と、水平面とのなす角となる。本実施形態では、戻り光の発生を抑制し、カーボンナノホーン集合体117を高純度で安定的に製造するために、グラファイトロッド101をその中心軸周りに回転させつつ、照射角を 30° 以上 60° 以下とすることが好ましい。
- [0062] この照射角を 30° 以上とすることにより、照射するレーザー光103が反射して戻り光が発生するのを抑制することができる。また、発生するブルーム109がレーザー光窓113を通じてレンズ123へ直撃することが防止される。このため、レンズ123を保護し、またカーボンナノホーン集合体117のレーザー光窓113への付着防止に有効である。よって、グラファイトロッド101に照射される光のパワー密度を安定化し、カーボンナノホーン集合体117を高い収率で安定的に製造することができる。
- [0063] また、レーザー光103を 60° 以下で照射することにより、アモルファスカーボンの生成を抑制し、生成物中のカーボンナノホーン集合体117の割合、すなわちカーボンナノホーン集合体117の収率を向上させることができる。また、照射角は 45° とすることが特に好ましい。 45° で照射することにより、生成物中のカーボンナノホーン集合体117の割合をより一層向上させることができる。
- [0064] また、グラファイトロッド101の側面にレーザー光103を照射する構成となっているため、レンズ123の位置を固定した状態で側面の照射角度を変えることにより容易に変えることができる。このため、パワー密度を可変とし、確実に調節することができる。たとえば、レンズ123の位置を固定した場合において、たとえば、照射角を 30° とすれば、パワー密度を高くすることができる。また、たとえば照射角度を 60° とすること

により、パワー密度を低く制御できる。

- [0065] さらに、グラファイトロッド101は、光照射により切削され、径が減少する。この様子を図6に示す。レーザー光103の照射角を一定に保つためには、保持ローラ131をグラファイトロッド101の中心軸102に対して鉛直上方向に移動させる必要がある。図6に示すように、保持ローラ131を移動させることによって、グラファイトロッド101に照射されるレーザー光103の照射角を一定に保つことができる。
- [0066] このようにして、レーザー光103の照射角を一定に保ちつつ、グラファイトロッド101は、保持ローラ131の接触面とグラファイトロッド101の表面の間に生じる摩擦力により中心軸102周りに回転するとともに、長軸方向および鉛直上方向に移動することができ、これにより、グラファイトロッド101の側面のほぼ全域にレーザー光103の照射位置が亘るようにすることができる。
- [0067] なお、グラファイトロッド101の側面のほぼ全域にレーザー光103の照射位置が亘るとは、グラファイトロッド101の側面全体において炭素蒸気を発生させることが可能であればよいことを指す。グラファイトロッド101の側面全体において炭素蒸気を発生させることが可能な構成とすることにより、グラファイトロッド101全体をカーボンナノホーン集合体117の原料として用いることができるため、グラファイトロッド101中に未使用領域が生じることを抑制し、原料を効率よく使用することができる。
- [0068] 以上のように、本実施の形態のナノカーボンの製造装置においては、グラファイトロッド101を把持する部分が不要であり、円筒形のグラファイトロッド101の側面に照射されるレーザー光103の部位が連続的に変化し、かつ照射部位が回転することによって、グラファイトロッド101の表面の全域に亘って光照射されるため、カーボンナノホーン集合体117を連続的に容易に量産することが可能である。また、グラファイトターゲットであるグラファイトロッド101を繰り返しレーザー光103照射に供することができるため、グラファイトロッド101を有効利用することが可能である。
- [0069] 次に、本実施の形態の製造装置を用いたカーボンナノホーン集合体117の製造方法について具体的に説明する。
- [0070] 本実施の形態の製造装置において、グラファイトロッド101として、高純度グラファイト、たとえば丸棒状焼結炭素や圧縮成形炭素等を用いることができる。

- [0071] また、レーザー光103として、たとえば、高出力CO₂ガスレーザー光などのレーザー光を用いる。
- [0072] レーザー光103のグラファイトロッド101への照射は、Ar、He等の希ガスをはじめとする反応不活性ガス雰囲気、たとえば10³Pa以上10⁵Pa以下の雰囲気中で行う。また、圧力計145が接続された真空ポンプ143により、製造チャンバ107内を予めたとえば10⁻²Pa以下に減圧排気した後、不活性ガス雰囲気とすることが好ましい。
- [0073] また、グラファイトロッド101の側面におけるレーザー光103のパワー密度がほぼ一定、たとえば5kW/cm²以上25kW/cm²以下となるようにレーザー光103の出力、スポット径、および照射角を調節することが好ましい。
- [0074] レーザー光103の出力はたとえば1kW以上50kW以下とする。また、レーザー光103のパルス幅はたとえば0.5秒以上とし、好ましくは0.75秒以上とする。こうすることにより、グラファイトロッド101の表面に照射されるレーザー光103の累積エネルギーを充分確保することができる。このため、カーボンナノホーン集合体117を効率よく製造することができる。また、レーザー光103のパルス幅はたとえば1.5秒以下とし、好ましくは1.25秒以下とする。こうすることにより、グラファイトロッド101の表面が過剰に加熱されることにより表面のエネルギー密度が変動し、カーボンナノホーン集合体の収率が低下するのを抑制することができる。レーザー光103のパルス幅は、0.75秒以上1秒以下とすることがさらに好ましい。こうすれば、カーボンナノホーン集合体117の生成率および収率をともに向上させることができる。
- [0075] また、レーザー光103照射における休止幅は、たとえば0.1秒以上とすることができ、0.25秒以上とすることが好ましい。こうすることにより、グラファイトロッド101表面の過加熱をより一層確実に抑制することができる。
- [0076] たとえば、レーザー光103の好ましい照射角度は、図4および図6を用いて前述した通りである。照射時のレーザー光103のグラファイトロッド101側面へのスポット径は、たとえば0.5mm以上5mm以下とすることができる。
- [0077] また、レーザー光103のスポットを、たとえば0.01mm/sec以上55mm/sec以下の速度(線速度)で移動させることが好ましい。たとえば、直径100mmのグラファイトターゲットの表面にレーザー光103を照射する場合には、ターゲット保持可動部13

0によって直径100mmのグラファイトロッド101を円周方向に一定速度で回転させる場合、回転数をたとえば0.01rpm以上10rpm以下とすると、上述の線速度(周速度)を実現できる。また、回転数を2rpm以上6rpmとすると、カーボンナノホーン集合体117の収率をさらに向上させることが可能となるため好ましい。

[0078] なお、グラファイトロッド101の回転方向に特に制限はないが、照射位置がレーザー光103から遠ざかる方向、すなわち図1においては図中に矢印で示したようにレーザー光103から搬送管141に向かう方向、に回転させることが好ましい。こうすることにより、カーボンナノホーン集合体117をより一層確実に回収することができる。

[0079] 図1の装置では、レーザー光103の照射によって得られたすす状物質がナノカーボン回収チャンバ119に回収される構成となっているが、適当な基板上に堆積して回収することや、ダストバッグによる微粒子回収の方法によって回収することもできる。また、不活性ガスを反応容器内で流通させて、不活性ガスの流れによりすす状物質を回収することもできる。

[0080] 本実施の形態の装置を用いて得られたすす状物質は、カーボンナノホーン集合体117を主として含み、たとえば、カーボンナノホーン集合体117が50wt%以上含まれる物質として回収される。

[0081] なお、カーボンナノホーン集合体117を構成するカーボンナノホーンの形状、径の大きさ、長さ、先端部の形状、炭素分子やカーボンナノホーン間の間隔等は、レーザー光103の照射条件などによって様々に制御することが可能である。

[0082] 本実施の形態の装置において、保持ローラ131を回転させる機構として、保持ローラ131を回転させる歯車を備えてもよい。図7は、このような構成を有するターゲット保持可動部175の構成を示す図である。

[0083] 図7のターゲット保持可動部175の基本的構成は図2のターゲット保持可動部130と同様であるが、保持ローラ131の噛み合い歯部132と噛み合い、保持ローラ131を回転軸133周りに回転させる歯車135と、歯車135の回転軸137と、回転軸137を介して歯車135を回転させるモータ139とを備えている点が異なる。モータ139は、回転軸押さえ142上に固定される。

[0084] 図8は、ターゲット保持可動部175におけるグラファイトロッド101の回転を説明する

ための図である。ターゲット保持可動部175は、モータ139によって歯車135を回転させ、歯車135の回転により噛み合い歯部132が回転し、保持ローラ131が回転軸133周りに回転する。

- [0085] また、図9は、図7のターゲット保持可動部175におけるグラファイトロッド101の位置移動を説明するための図である。図9に示したように、保持ローラ131および歯車135を上下方向に移動させることによって、グラファイトロッド101に照射されるレーザー光103の照射角を一定に保つことができる。
- [0086] 本実施の形態において、保持ローラ131を回転させる構成は、以上の構成に限定されるものではなく、たとえば、保持ローラ131の一端にモータ139の回転を伝動させる伝動ベルトを設けてもよい。
- [0087] 以上、ナノカーボンとしてカーボンナノホーン集合体を製造する場合を例に説明した。カーボンナノホーン集合体117を構成するカーボンナノホーンの形状、径の大きさ、長さ、先端部の形状、炭素分子やカーボンナノホーン間の間隔等は、レーザー光103の照射条件などによって様々に制御することが可能である。
- [0088] また、本実施の形態の製造装置を用いて製造されるナノカーボンはカーボンナノホーン集合体には限定されない。
- [0089] たとえば、本実施の形態の製造装置を用いてカーボンナノチューブを製造することもできる。カーボンナノチューブを製造する場合、グラファイトロッド101の側面におけるレーザー光103のパワー密度がほぼ一定、たとえば $50 \pm 10 \text{ kW/cm}^2$ となるようにレーザー光103の出力、スポット径、および照射角を調節することが好ましい。また、グラファイトロッド101には、触媒金属をたとえば0.0001wt%以上5wt%以下添加する。金属触媒として、たとえばNi、Coなどの金属を用いることができる。
- [0090] また、以上の実施の形態においては、グラファイトロッド101を用いた場合を例に説明をしたが、グラファイトターゲットの形状は円筒形には限定されず、シート状、棒状等とすることもできる。グラファイトターゲットの形状をシート状や棒状等とした場合にも、ターゲットの把持部を有しない構成とすることにより、グラファイトターゲット表面の全面にレーザー光103を照射することが可能となり、ナノカーボンの生産性を向上させることができる。

[0091] (実施例)

本実施例では、図1ー図6に示す構成のナノカーボンの製造装置を用いてカーボンナノホーン集合体117を作製した。

[0092] グラファイトロッド101として直径100mm、長さ250mm、重さ約3.7kgの焼結丸棒炭素を用い、これを製造チャンバ107内のターゲット保持可動部130の2つの保持ローラ131の間に載置した。製造チャンバ107内を 10^{-3} Paにまで減圧排気した後、Arガスを 10^5 Paの雰囲気圧となるように導入した。次いで、室温中にてグラファイトロッド101を回転数6rpmで回転させ、また0.3mm/secにて水平移動させながら、その側面にレーザー光103を照射した。

[0093] レーザー光103には高出力の CO_2 レーザー光を用い、パルス条件、1sec発振、250msecの待機の条件にて、パルス発振した。また、レーザー光103の照射角を 45° とし、グラファイトロッド101側面でのパワー密度は $20\text{kW}/\text{cm}^2 \pm 10\text{kW}/\text{cm}^2$ とした。

[0094] 3.7kgのグラファイトロッド101から約2.8kgのすす状物質が得られた。この得られたすす状物質についてTEM観察を行った。また、ラマン分光法により、 1350cm^{-1} と 1590cm^{-1} の強度を比較し、カーボンナノホーン集合体117の収率を算出した。

[0095] 得られたすす状物質を透過型電子顕微鏡(TEM)により観察したところ、カーボンナノホーン集合体117が支配的に生成しており、その粒子径は、80nm以上120nm以下の範囲であった。また、光照射後に得られた物質全体中のカーボンナノホーン集合体117の収率をラマン分光法によって求めたところ、いずれも純度50%以上の高収率となった。

[0096] したがって、本実施例では、グラファイトロッド101を把持機構を使用せずに保持することにより、グラファイトロッド101の側面の全域に亘ってレーザー光103を照射することにより、高い収率でカーボンナノホーン集合体117が得られた。またこの工程は、カーボンナノホーン集合体117の大量生産に好適な連続工程であることが明らかになった。

請求の範囲

- [1] グラファイトターゲットの表面と接する接触面を有し、該接触面における前記グラファイトターゲットの前記表面との間に生じる摩擦力により前記グラファイトターゲットを移動可能に保持するターゲット保持手段と、
- 前記グラファイトターゲットの前記表面に光を照射する光源と、
- 前記ターゲット保持手段に保持された前記グラファイトターゲットを前記光源に対して相対的に移動させ、前記グラファイトターゲットの前記表面における前記光の照射位置を移動させるとともに、前記接触面における前記グラファイトターゲットの前記表面との間に生じる摩擦力により前記グラファイトターゲットを移動させるように前記ターゲット保持手段を駆動させる移動手段と、
- 前記光の照射に得られたナノカーボンを回収する回収手段と、
- を有することを特徴とするナノカーボン製造装置。
- [2] 円筒形のグラファイトターゲットの表面と接する接触面を有し、該接触面における前記グラファイトターゲットの前記表面との間に生じる摩擦力により前記グラファイトターゲットを移動可能に保持するターゲット保持手段と、
- 前記グラファイトターゲットの前記表面に光を照射する光源と、
- 前記ターゲット保持手段に保持された前記グラファイトターゲットを前記光源に対して相対的に移動させ、前記グラファイトターゲットの前記表面における前記光の照射位置を移動させるとともに、前記接触面における前記グラファイトターゲットの前記表面との間に生じる摩擦力により前記グラファイトターゲットを中心軸周りに回転させるように前記ターゲット保持手段を駆動させる移動手段と、
- 前記光の照射に得られたナノカーボンを回収する回収手段と、
- を有することを特徴とするナノカーボン製造装置。
- [3] 請求の範囲第2項に記載のナノカーボンの製造装置において、
- 前記ターゲット保持手段は、前記グラファイトターゲットの前記中心軸に実質的に平行な回転軸を有し、互いに並置された間に前記グラファイトターゲットを保持する2つの円筒形のローラを含み、
- 前記移動手段は、前記ローラを前記回転軸周りに回転させて、前記ローラの前記

接触面と前記グラファイトターゲットの前記表面の間に生じる前記摩擦力により前記グラファイトターゲットを前記中心軸周りに回転させることを特徴とするナノカーボンの製造装置。

- [4] 請求の範囲第1項乃至第3項いずれかに記載のナノカーボン製造装置において、前記移動手段は、前記グラファイトターゲットの前記表面に照射される前記光の照射位置が前記グラファイトターゲットの前記表面のほぼ全域に亘るように、前記ターゲット保持手段を駆動させることを特徴とするナノカーボンの製造装置。
- [5] 請求の範囲第1項乃至第4項いずれかに記載のナノカーボンの製造装置において、前記移動手段は、前記グラファイトターゲットの前記表面の前記光の照射位置における前記光の照射角度を略一定にしながら前記照射位置を移動させるように構成されたことを特徴とするナノカーボン製造装置。
- [6] 請求の範囲第1項乃至第5項いずれかに記載のナノカーボンの製造装置において、前記ターゲット保持手段は、ステンレス鋼、およびセラミックスのいずれか、あるいは、炭素を表面に蒸着させた金属からなることを特徴とするナノカーボンの製造装置。
- [7] 請求の範囲第1項乃至第6項いずれかに記載のナノカーボンの製造装置において、前記ナノカーボンがカーボンナノホーン集合体であることを特徴とするナノカーボンの製造装置。
- [8] グラファイトターゲットの表面に光を照射する工程と、
光を照射する前記工程で生成したナノカーボンを回収する工程と、
を含むナノカーボンの製造方法であって、
光を照射する前記工程は、
前記表面に接して設けられた接触面により前記グラファイトターゲットを保持しつつ、前記表面と前記接触面との摩擦力により前記グラファイトターゲットを移動させながら前記光を照射する工程を含むことを特徴とするナノカーボンの製造方法。
- [9] 円筒形のグラファイトターゲットを中心軸周りに回転させながら、前記グラファイトターゲットの表面に光を照射する工程と、
光を照射する前記工程で生成したナノカーボンを回収する工程と、
を含むナノカーボンの製造方法であって、

光を照射する前記工程は、

前記表面に接して設けられた接触面により前記グラファイトターゲットを保持しつつ、前記表面と前記接触面との摩擦力により前記グラファイトターゲットを中心軸周りに回転させながら前記光を照射する工程を含むことを特徴とするナノカーボンの製造方法。

[10] 請求の範囲第9項に記載のナノカーボンの製造方法において、前記接触面は、前記グラファイトターゲットの側面と接して設けられたことを特徴とするナノカーボンの製造方法。

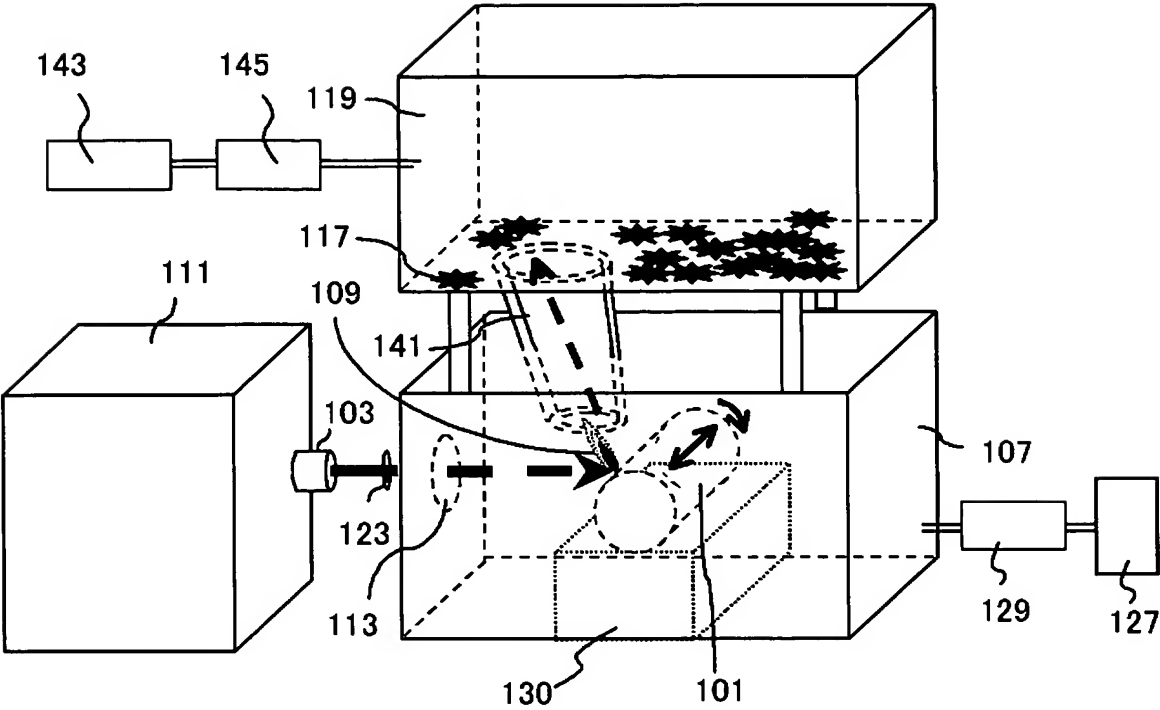
[11] 請求の範囲第8項乃至第10項いずれかに記載のナノカーボンの製造方法において、グラファイトターゲットの表面に光照射する前記工程で、前記光の照射位置を移動させながら、前記グラファイトターゲットの前記表面のほぼ全域に亘るように、前記光を照射することを特徴とするナノカーボンの製造方法。

[12] 請求の範囲第8項乃至第11項いずれかに記載のナノカーボンの製造方法において、
光を照射する前記工程で、
前記グラファイトターゲットの前記表面への前記光の照射角度が略一定となるように前記光を照射することを特徴とするナノカーボンの製造方法。

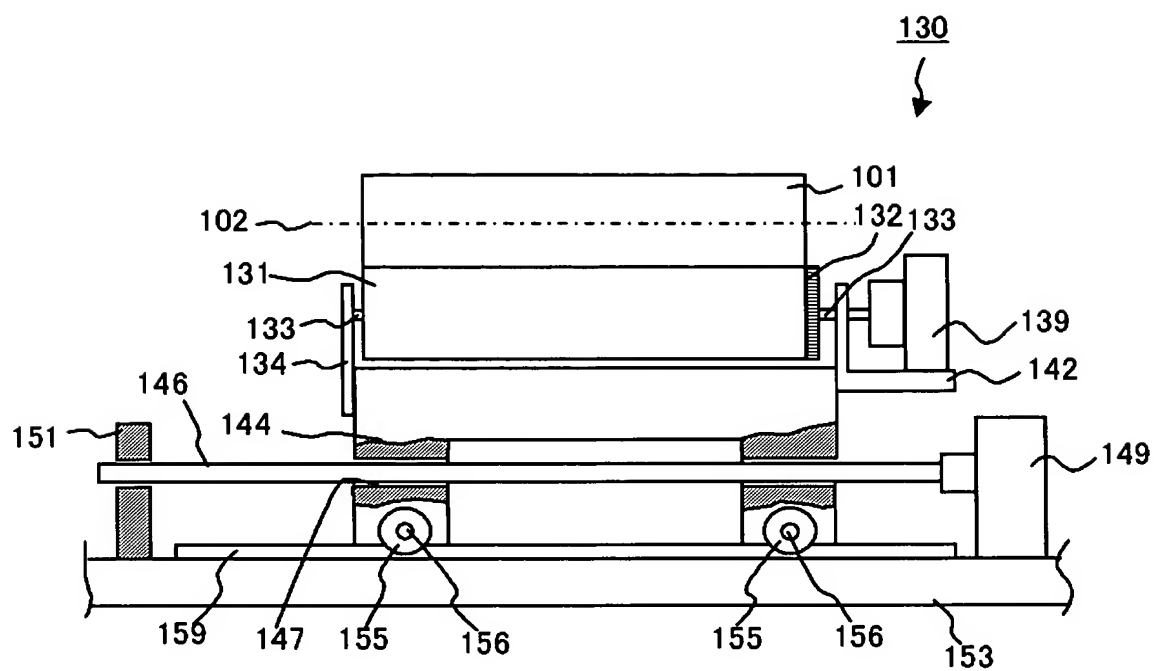
[13] 請求の範囲第8項乃至第12項いずれかに記載のナノカーボンの製造方法において、
前記光を照射する工程は、レーザー光を照射する工程を含むことを特徴とするナノカーボンの製造方法。

[14] 請求の範囲第8項乃至第13項いずれかに記載のナノカーボンの製造方法において、
ナノカーボンを回収する前記工程は、カーボンナノホーン集合体を回収する工程を含むことを特徴とするナノカーボンの製造方法。

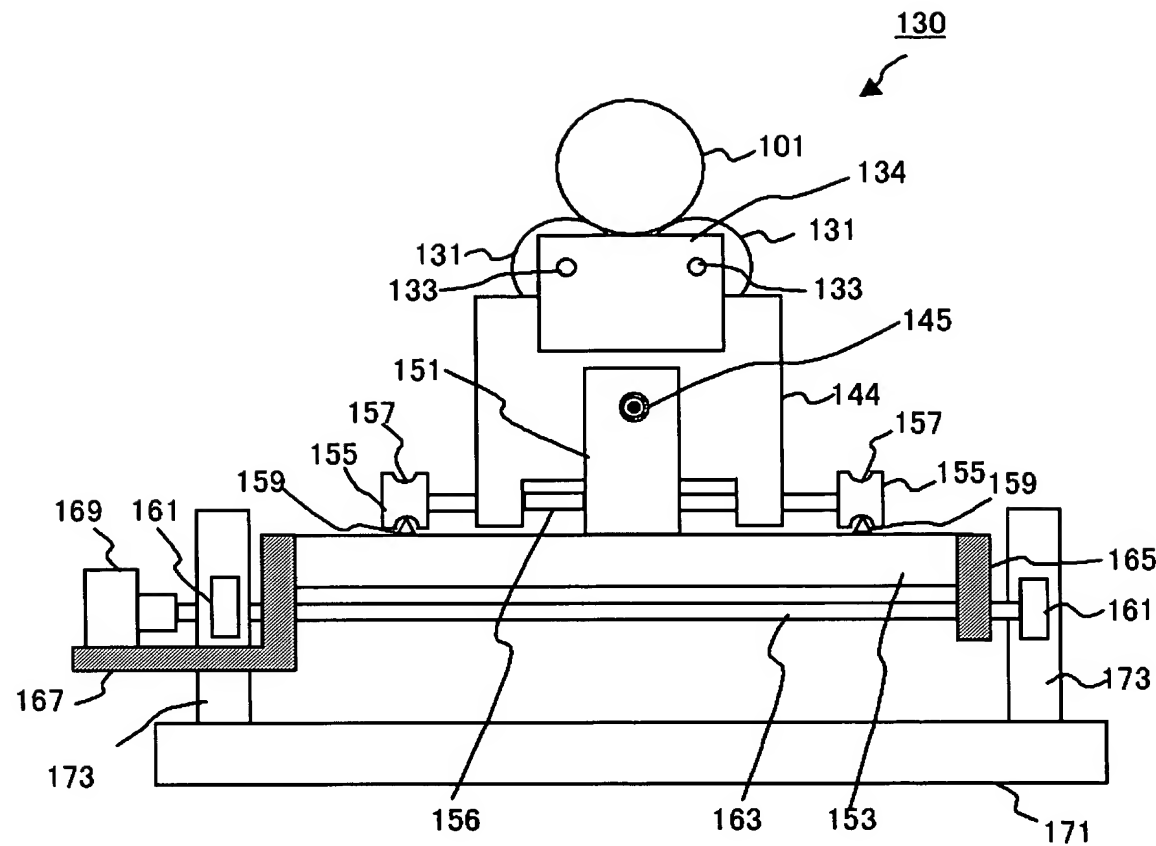
[図1]



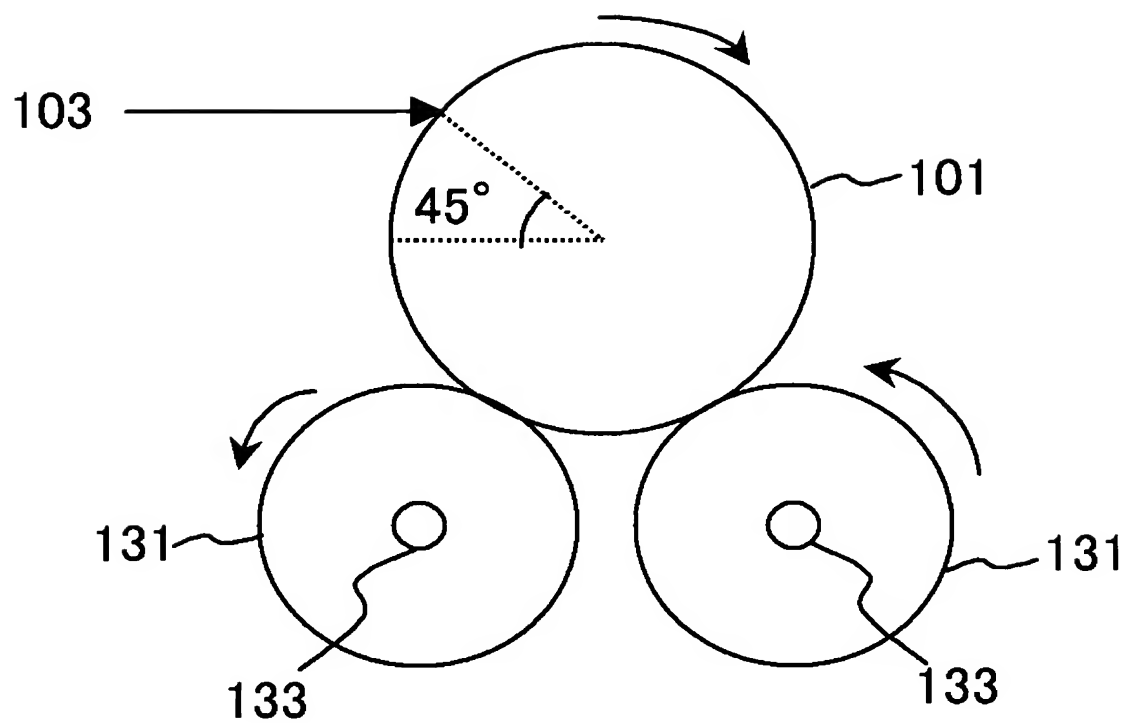
[図2]



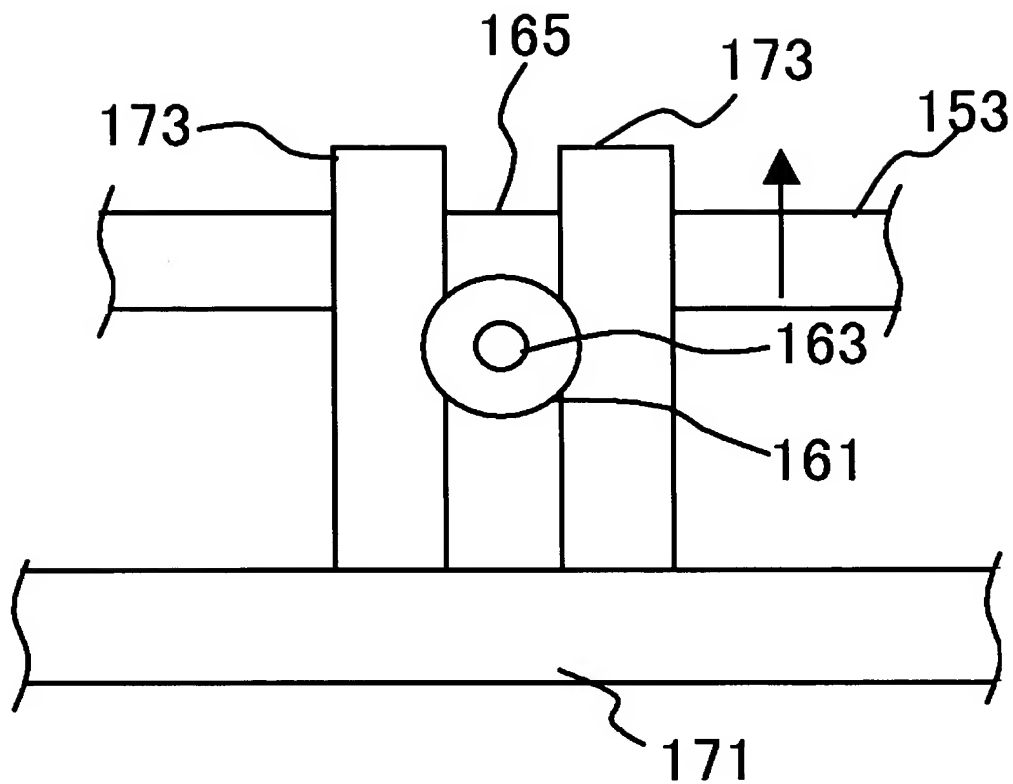
[図3]



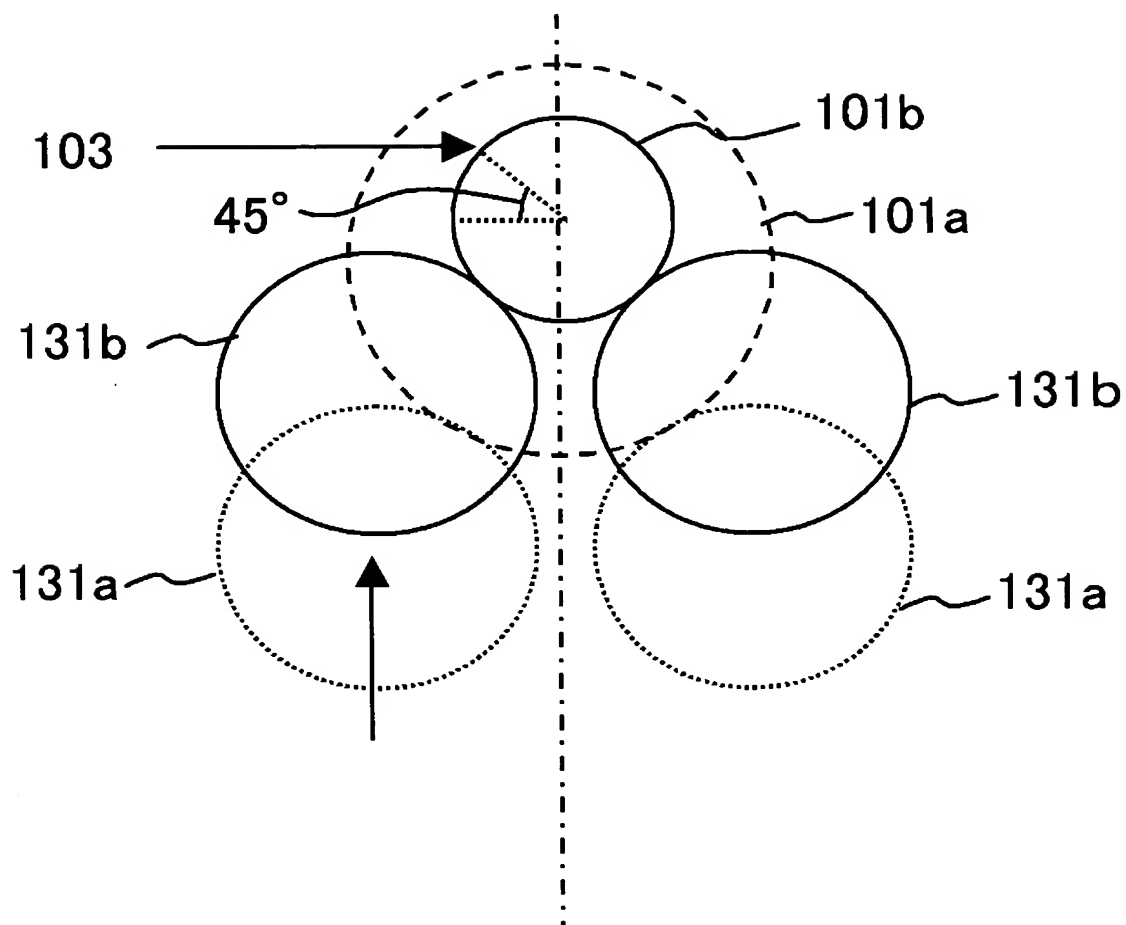
[図4]



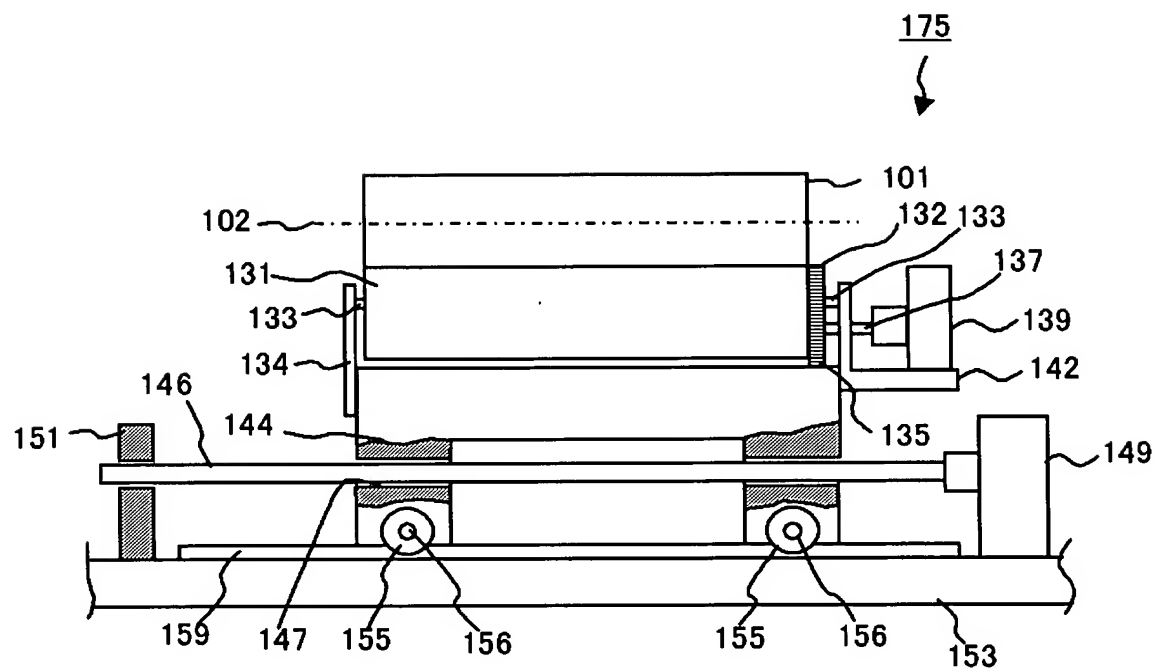
[図5]



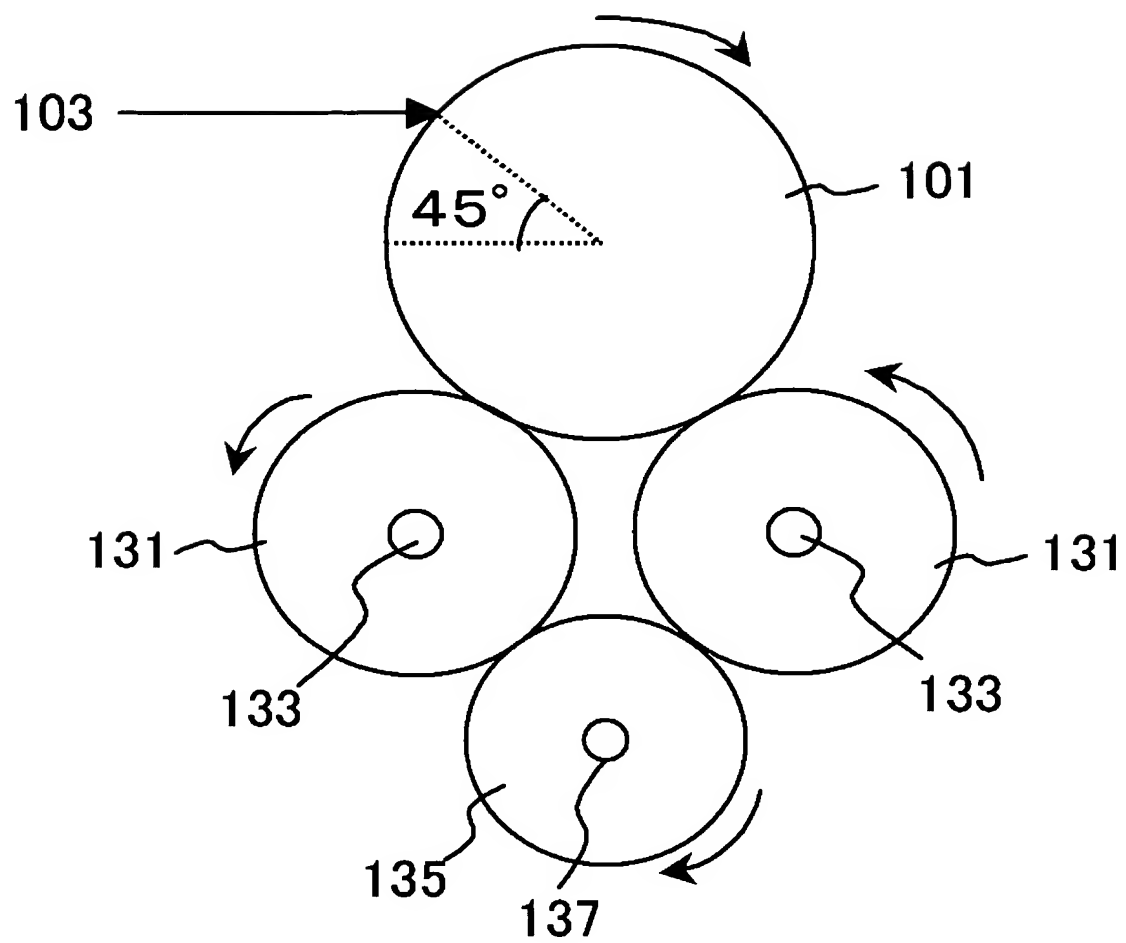
[図6]



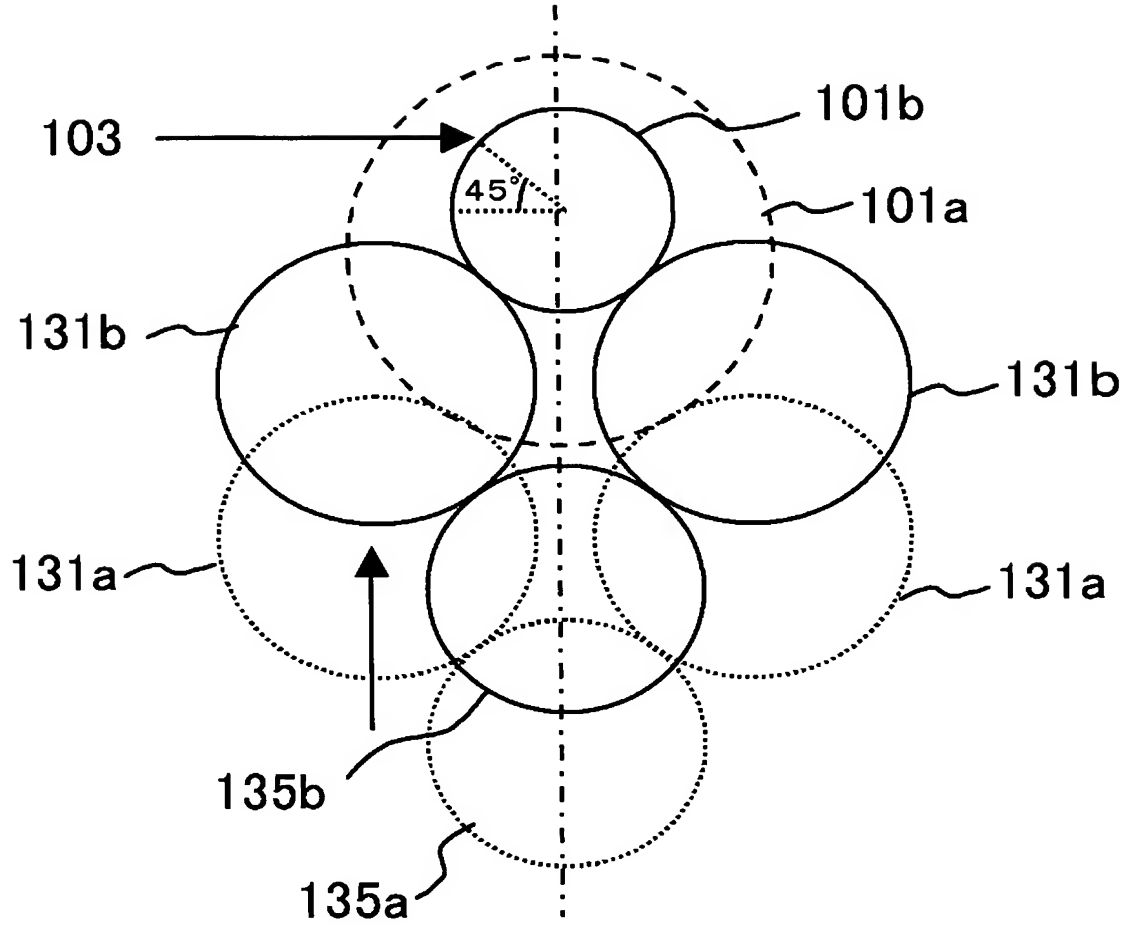
[図7]



[図8]



[図9]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/011263

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁷ C01B31/02

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ C01B31/00-31/36, C23C14/00-14/58

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2004
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2004	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2004

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	S.IIJIMA et al., Nano-aggregates of single-walled graphitic carbon nano-horns, CHEMICAL PHYSICS LETTERS, 13 August, 1999 (13.08.99), Vol.309, pages 165 to 170	1-14
Y	JP 64-335 B2 (Matsushita Electric Industrial Co., Ltd.), 06 January, 1989 (06.01.89), Column 3, lines 19 to 25; Fig. 2 (Family: none)	1-4, 6-11, 13, 14
Y	JP 2000-249540 A (Tokyo Seimitsu Co., Ltd.), 14 September, 2000 (14.09.00), Par. No. [0008]; Fig. 2 (Family: none)	1-4, 6-11, 13, 14

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
21 October, 2004 (21.10.04)

Date of mailing of the international search report
09 November, 2004 (09.11.04)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/011263

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 63-38427 B2 (Director General, Agency of Industrial Science and Technology), 29 July, 1988 (29.07.88), Column 6, lines 20 to 40 (Family: none)	5, 12

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ C01B31/02

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ C01B31/00-31/36, C23C14/00-14/58

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1922-1996年

日本国公開実用新案公報 1971-2004年

日本国実用新案登録公報 1996-2004年

日本国登録実用新案公報 1994-2004年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	S.IIJIMA et al, Nano-aggregates of single-walled graphitic carbon nano-horns, CHEMICAL PHYSICS LETTERS, 1999.08.13, vol 309, p.165-170	1-14
Y	JP 64-335 B2 (松下電器産業株式会社) 1989.01.06 第3欄第19-25行, 第2図, (ファミリーなし)	1-4,6-11,13,14
Y	JP 2000-249540 A (株式会社東京精密) 2000.09.14 [0008], 図2, (ファミリーなし)	1-4,6-11,13,14

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

21.10.2004

国際調査報告の発送日

09.11.2004

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

宮澤 尚之

4G

9278

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP 63-38427 B2 (工業技術院長) 1988.07.29 第6欄第20-40行, (ファミリーなし)	5,12